

ICS 67.040  
C 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.114—2003  
代替 GB/T 14929.8—1994

---

## 大米中杀虫双残留量的测定

Determination of bisultap residues in rice

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

本标准代替 GB/T 14929.8—1994《大米中杀虫双残留量测定方法》。

本标准与 GB/T 14929.8—1994 相比主要修改如下：

- 修改了标准的中文名称，标准中文名称改为《大米中杀虫双残留量的测定》；
- 按 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准负责起草单位：中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所。

本标准主要起草人：王绪卿、林媛真、陈惠京。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

# 大米中杀虫双残留量的测定

## 1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定大米中杀虫双和沙蚕毒素的含量。  
本标准适用于大米中杀虫双、沙蚕毒素残留量的测定。  
本标准检出限为 0.1 ng, 检出浓度为 0.002 mg/kg。

## 2 原理

大米试样经 0.1 mol/L 盐酸提取后, 在碱性溶液中, 转化成沙蚕毒素, 以三氯甲烷提取后, 蒸除三氯甲烷, 用甲醇定容至 1 mL, 以 FPD-GC 测定。

## 3 试剂

- 3.1 0.1 mol/L 盐酸。
- 3.2 0.1 mol/L 氢氧化钠。
- 3.3 0.1 mol/L 硫化钠水溶液。
- 3.4 甲醇: 重蒸。
- 3.5 三氯甲烷: 重蒸加无水乙醇, 使含 1% 乙醇。
- 3.6 无水乙醇。
- 3.7 无水硫酸钠。
- 3.8 沙蚕毒素标准溶液: 精确称取沙蚕毒素草酸盐 0.016 0 g, 以甲醇溶解并稀释至 100 mL, 每毫升含沙蚕毒素 100  $\mu$ g。根据需要, 吸取一定量上述标准溶液, 以甲醇稀释至一定体积, 配制成应用液。

## 4 仪器

- 4.1 台式离心机。
- 4.2 旋转蒸发器。
- 4.3 玻璃蒸馏器。
- 4.4 氮气蒸发器。
- 4.5 气相色谱仪(具有火焰光度检测器, FPD)。
- 4.6 微量注射器。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样处理

称取大米试样 5 g(精确至 0.001 g), 加 10 mL 0.1 mol/L 盐酸溶液, 在振荡器上振荡 30 min, 于 1 600 r/min 离心 10 min, 将上清液倒于带盖量筒中, 再以 10 mL 0.1 mol/L 盐酸洗涤试样, 如此重复三次。合并盐酸提取液, 调节 pH8.5~9, 加 0.1 mol/L 硫化钠水溶液 2 mL 放置过夜, 加 2 倍试样液体积的三氯甲烷于分液漏斗中, 剧烈振摇 1 min, 静置分层。将三氯甲烷层经无水硫酸钠滤于三角瓶中, 在旋转蒸发器中 45℃ 蒸除三氯甲烷, 至剩余少许时, 立即取出, 用甲醇定容至 1 mL, 待测定。

### 5.2 气相色谱条件

#### 5.2.1 色谱柱

3 mm(内径)×2 m 玻璃柱; 填充涂有 1.5%OV-17 Chromosorb W(80 目~100 目)的担体。

#### 5.2.2 温度

柱温: 160℃;